

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2005 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

06674736 **Image available**

MOISTURE ABSORPTIVE FILM AND ORGANIC EL DISPLAY DEVICE

PUB. NO.: 2000-260562 [JP 2000260562 A]

PUBLISHED: September 22, 2000 (20000922)

INVENTOR(s): OTA KAZUhide

 YOKOI MASAHIRO

 FURUYAMA KOICHI

APPLICANT(s): TOYOTA MOTOR CORP

 TOYOSHIMA SEISAKUSHO KK

APPL. NO.: 11-065508 [JP 9965508]

FILED: March 11, 1999 (19990311)

INTL CLASS: H05B-033/04; C23C-014/08; H05B-033/14

ABSTRACT

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a moisture absorptive film high in purity, high in homogeneity, and high in moisture absorbing performance.

SOLUTION: This organic EL display device is equipped with a glass substrate 1 as a transparent substrate, an organic EL element 2 made up of a transparent electrode layer 21 formed on the transparent substrate 1, an EL luminescent layer 22 formed on the transparent electrode layer 21, and a metallic electrode layer 23 formed on the EL luminescent layer 22. and a back glass substrate 3 as a sealing member, with its interior filled with an inert fluid, joined to the transparent substrate 1 so as to cover the organic EL element 2. The inside surface of the back glass substrate 3 is filmed with a moisture absorptive film 6 made of an alkaline earth monoxide (BaO), formed by a PVD method using an alkaline earth peroxide (BaO₂) as a target material. By using an alkaline earth peroxide which is stable in the atmosphere as a target material, the moisture absorptive film 6 becomes high in purity, high in homogeneity, and high in moisture absorbing performance.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-260562

(P 2 0 0 0 - 2 6 0 5 6 2 A)

(43) 公開日 平成12年9月22日 (2000.9.22)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
H05B 33/04		H05B 33/04	3K007
C23C 14/08		C23C 14/08	J 4K029
H05B 33/14		H05B 33/14	A

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-65508
 (22) 出願日 平成11年3月11日 (1999.3.11)

(71) 出願人 000003207
 トヨタ自動車株式会社
 愛知県豊田市トヨタ町1番地
 (71) 出願人 593163449
 株式会社豊島製作所
 埼玉県東松山市大字下野本1414番地
 (72) 発明者 太田 和秀
 愛知県豊田市トヨタ町1番地 トヨタ自動車株式会社内
 (74) 代理人 100081776
 弁理士 大川 宏

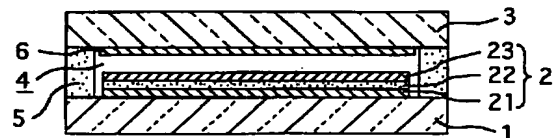
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 吸湿膜及び有機EL表示装置

(57) 【要約】

【課題】 高純度及び高均質で吸湿性能の高い吸湿膜を提供する。

【解決手段】 透明基板としてのガラス基板1と、透明基板1上に形成された透明電極層21、透明電極層21上に形成された有機EL発光層22及び有機EL発光層22上に形成された金属電極層23よりなる有機EL素子2と、内部に不活性流体を封入しつつ有機EL素子2を被覆するように透明基板1に接合された封止部材としての背面ガラス基板3とを備えている。背面ガラス基板3の内側面には、アルカリ土類過酸化物 (BaO_2) をターゲット材料に用いたPVD法により成膜されたアルカリ土類一酸化物 (BaO) からなる吸湿膜6が成膜されている。大気中で安定なアルカリ土類過酸化物をターゲット材料として用いることにより、高純度及び高均質で吸湿性能の高い吸湿膜6とする。



- | | |
|---------------------|---------------|
| 1... ガラス基板 (透明基板) | 21... 透明電極層 |
| 2... 有機EL素子 | 22... 有機EL発光層 |
| 3... 背面ガラス基板 (封止部材) | 23... 金属電極層 |
| 4... 封入空間 | |
| 5... 吸湿膜 | |

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルカリ土類過酸化物を出発原料に用いた PVD 法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなることを特徴とする吸湿膜。

【請求項 2】 透明基板と、該透明基板上に形成された透明電極層、該透明電極層上に形成された有機 EL 発光層及び該有機 EL 発光層上に形成された金属電極層よりなる有機 EL 素子と、内部に不活性流体を封入しつつ該有機 EL 素子を被覆するように該透明基板に接合された封止部材とを備えた有機 EL 表示装置において、上記有機 EL 素子上の非発光部及び上記封止部材の内側面のうちの少なくとも一方には、アルカリ土類過酸化物を出発原料として用いた PVD 法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなる吸湿膜が形成されていることを特徴とする有機 EL 表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は吸湿膜及び有機 EL 表示装置に関し、詳しくはアルカリ土類一酸化物からなる吸湿膜及びその吸湿膜を備えた有機 EL 表示装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 表示用ディスプレイデバイスとしては、ブラウン管 (Cathode Ray Tube)、液晶 (Liquid Crystal)、プラズマ (Plasma)、発光ダイオード (Light Emitting Diode) 及び EL (Electro Luminescence) などが従来より知られ、コンピュータ用ディスプレイ、液晶ディスプレイのバックパネルなどに広く利用されている。

【0003】 この中でも EL は自発光形であり、また薄膜とすることができるために薄い表示素子として期待されている。そして薄膜型直流 EL として、低電圧で駆動できる有機薄膜 EL が近年注目を集めている。有機 EL 素子は、一般に、透明基板上に形成された透明電極層と、この透明電極層上に形成された有機 EL 発光層と、この有機 EL 発光層上に形成された金属電極層とから構成されている。そして、透明電極層及び金属電極層への通電により、それぞれの電極から注入された正孔と電子とが有機 EL 発光層内で再結合し、このときのエネルギーにより発光現象が生じる。この発光現象は、発光ダイオードと類似した注入発光であり、発光電圧が 10 V 以下と低いことが特徴である。

【0004】 かかる有機 EL 素子を利用した有機 EL 表示装置としては、上記有機 EL 素子構造を単位画素として、透明基板上にこの単位画素を平面的に二次元配置してマトリクス駆動するものが知られている。これは、透明基板上にストライプ状の透明電極群を、この透明電極群上に有機 EL 発光層を、さらにこの有機 EL 発光層上に透明電極群と互いに直交するストライプ状の金属電極群を順次形成し、透明電極群と金属電極群との交差部分

を単位画素である有機 EL 素子構造として平面的に二次元配置したものである。この方式の表示装置では、電圧のかかった 2 本のストライプ状電極の交差部分が発光部となるので、電圧を印加して発光させるストライプを順次ずらすことで画像を表示することができる。そして、有機 EL 発光層から発せられた光は、直接又は金属電極で反射して透明電極及び透明基板を透過し、該透明基板の表示側表面から出射して視認される。

【0005】 ところが、有機 EL 素子に用いられる有機発光材料は、耐水性が低く、湿気により寿命が短くなるという欠点がある。また有機 EL 素子に用いられる Mg 合金などの金属電極層も、水や酸素に対する耐性が低いという欠点がある。そこで、特開平 9-148066 号公報には、有機 EL 素子を封止部材内に封止するとともに、この封止部材の内側面に吸湿剤を配設した有機 EL 表示装置が開示されている。

【0006】 この有機 EL 表示装置は、図 6 に示すように、透明なガラス基板 80 と、ガラス基板 80 上に形成された透明電極層 81a、透明電極層 81a 上に形成された有機 EL 発光層 81b 及び有機 EL 発光層 81b 上に形成された金属電極層 81c からなる有機 EL 素子 81 とを備え、内部に不活性ガスを封入しつつ有機 EL 素子 81 を被覆するようにガラス基板 80 に封止剤 82 を介して封止部材 83 が接合されている。そして封止部材 83 の内側面には吸湿剤 84 が粘着剤により固着されている。

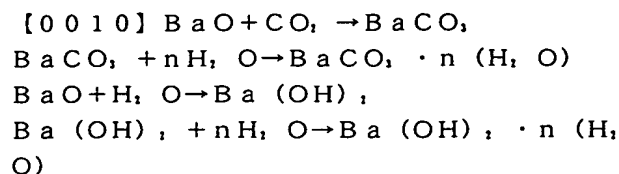
【0007】 この有機 EL 表示装置では、内部に不活性ガスを封入しつつ有機 EL 素子 81 を被覆するようにガラス基板 80 の周縁部に封止部材 83 が接合されているため、有機 EL 素子 1 を大気と遮断することができる。また、封止部材 83 の内側面に固着された吸湿剤 84 により、封止剤 82 を介して封入空間内に侵入等した水分を吸湿することができる。したがって、封入空間内の乾燥性を高めて、素子寿命を延ばすことができる。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】 ここに、上記吸湿剤の一つとして、Ca、Ba や Mg 等のアルカリ土類金属の一酸化物が例示される。そして、このアルカリ土類金属一酸化物を出発原料に用いて真空蒸着法やスパッタ法等の PVD 法 (物理蒸着法) を行い、上記封止基板 83 の内側面にアルカリ土類金属一酸化物よりなる吸湿膜を成膜することもできる。

【0009】 しかしながら、アルカリ土類金属一酸化物を出発原料に用いた PVD 法によりアルカリ土類金属一酸化物よりなる吸湿膜を上記封止部材 83 の内側面に成膜した場合、以下に示すような問題点がある。すなわち、アルカリ土類金属一酸化物は大気中で不安定であり、水和物や炭酸化物に変化し易い。例えば一酸化バリウム (BaO) は CO_2 や H_2O と以下のように反応して $\text{BaCO}_3 \cdot n(\text{H}_2\text{O})$ や $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot n(\text{H}_2\text{O})$ となる。

、O) の水和物や BaCO_3 の炭酸化物に変化する。



このため、アルカリ土類金属一酸化物をそのまま粉末で出発原料として用いたり、あるいはその粉末を焼結し、その焼結体を出発原料として用いたりして、PVD法により吸湿膜を成膜した場合、出発原料中に水和物や炭酸化物の不純物が存在するため、安定に成膜することができず、また成膜された膜の品質も不均質で低純度となり、均質で純度の高い吸湿膜、すなわち吸湿性能の高い吸湿膜を成膜することが困難である。

【0011】また、封止部材83の内側面に吸湿膜を成膜した場合、有機EL素子81と吸湿膜との間に封入空間が介在し、両者間に距離があるため、有機EL素子81の有機EL発光層81b等に水分が侵入することを効果的に防止することが困難である。本発明は上記実情に鑑みてなされたものであり、高純度及び高均質で吸湿性能の高い吸湿膜を提供することを解決すべき第1の技術課題とし、有機EL素子の有機EL発光層等に水分が侵入することを効果的に防止することのできる吸湿膜を備えた有機EL表示装置を提供することを解決すべき第2の技術課題とするものである。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記第1の課題を解決する本発明の吸湿膜は、アルカリ土類過酸化物を出発原料に用いたPVD法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなることを特徴とするものである。上記第2の課題を解決する本発明の有機EL表示装置は、透明基板と、該透明基板上に形成された透明電極層、該透明電極層上に形成された有機EL発光層及び該有機EL発光層上に形成された金属電極層よりなる有機EL素子と、内部に不活性流体を封入しつつ該有機EL素子を被覆するように該透明基板に接合された封止部材とを備えた有機EL表示装置において、上記有機EL素子上の非発光部及び上記封止部材の内側面のうちの少なくとも一方には、アルカリ土類過酸化物を出発原料として用いたPVD法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなる吸湿膜が形成されていることを特徴とするものである。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明の吸湿膜は、アルカリ土類過酸化物を出発原料に用いたPVD法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなる。アルカリ土類過酸化物は、アルカリ土類一酸化物と違って大気中で安定に保存することができる。このため、アルカリ土類過酸化物の粉末を出発原料としたり、あるいはアルカリ土類過酸化物の粉末を焼結して、この焼結体を出発原料としたりして、PVD法によりアルカリ土類一酸化物からなる吸湿

膜を成膜した場合、出発原料中、例えば焼結体の粒界に水和物や炭酸化物等の不純物が介在することが無いことから、均質で純度の高い吸湿膜を成膜することができる。したがって、アルカリ土類過酸化物を出発原料に用いて成膜された本発明の吸湿膜は高い吸湿性能を発揮する。

【0014】上記アルカリ土類過酸化物とは、アルカリ土類金属の二酸化物、すなわちアルカリ土類金属の酸化物のうち O_2^{2-} を有するものをいい、アルカリ土類金属を空気又は酸素中で熱すること等により生成することができる。アルカリ土類金属にはCa、Sr、Ba、Ra、BeやMgがあり、本発明の吸湿膜にはいずれのアルカリ土類金属も用いることができるが、コスト、高純度材料の入手の容易性や実用性等を考慮すればCa、Sr、BaやMgを好適に用いることができる。

【0015】このアルカリ土類金属過酸化物からPVD法によりアルカリ土類一酸化物よりなる吸湿膜を成膜するには、アルカリ土類過酸化物の粉末を出発原料としたり、あるいはこの粉末を焼結した焼結体を出発原料としたりしてPVD法を行えばよい。アルカリ土類過酸化物の粉末の調整条件は特に限定されず通常の条件とすることができる。例えば、 BaO_2 粉末を得る場合は、Ba粉末、 $\text{BaO} \cdot n(\text{H}_2\text{O})$ 粉末又は $\text{BaO} \cdot \text{CO}_2$ 粉末を酸素雰囲気中、500℃程度で加熱することにより、 BaO_2 粉末とすることができる。

【0016】また、アルカリ土類過酸化物の焼結体の焼結条件は特に限定されず、通常の焼結条件とすることができる。例えば、 BaO_2 粉末の焼結体を得る場合は、 BaO_2 の融点が450℃であるため、この温度よりも若干低い温度(400～440℃程度)で30～60分程度、大気中で焼結することができる。なお、アルカリ土類一酸化物たる、例えばBaOを焼結する場合は1000℃程度以上で焼結するため、これと比較してアルカリ土類過酸化物を焼結する場合は低温での焼結が可能なり、コスト面等で有利となる。

【0017】上記PVD法としては特に限定されないが、電子ビーム加熱法やイオンプレーティング法等の真空蒸着法やスパッタ法等を好適に採用することができる。成膜条件も出発原料や成膜する吸湿膜の膜厚等に応じて適宜設定することができる。例えば、電子ビーム加熱法を採用した場合の成膜条件は、

出力 : 1～20kV程度、0.05～0.3A程度
真空度 : 2×10^{-4} Pa以下
成膜速度 : 0.1～1.0nm/sec程度
とすることができ、イオンプレーティング法を採用した場合の成膜条件は、

出力 : 1～20kV程度、0.05～0.3A程度
真空度 : 0.5～ 2×10^{-4} Pa程度(アルゴン圧力)
成膜速度 : 0.05～0.3nm/sec程度

とすることができ、スパッタ法を採用した場合の成膜条件は、

出力 : 5 0 ~ 5 0 0 W 程度

真空度 : $1 \sim 8 \times 10^{-4}$ Pa 程度 (アルゴン圧力)

成膜速度 : $5 \sim 40$ nm / sec 程度

とすることができる。

【 0 0 1 8 】ここに、吸湿膜を有機 E L 素子上に形成する場合、成膜時における素子の損傷を抑える観点より、電子ビーム加熱法等の真空蒸着法を採用することが好ましい。上記吸湿膜の膜厚としては特に限定されないが、膜厚が厚くなればなるほど吸湿性能は高くなるので、所望の吸湿性能を発揮するように適宜設定することができる。なお、吸湿膜の膜厚を厚くしすぎると、成膜コストが上昇したり、吸湿膜が剥離したりするおそれがある。このため、有機 E L 表示装置に適用する場合は、吸湿膜の膜厚を $100 \mu\text{m}$ 以下とすることが好ましく、 $0.1 \sim 30 \mu\text{m}$ 程度とすることがより好ましい。

【 0 0 1 9 】また、本発明の吸湿膜を有機 E L 表示装置に適用する場合、有機 E L 素子を覆うように透明基板に接合されて透明基板との間に不活性流体が封入された封入空間を形成する封止部材の内側面に、この吸湿膜を形成することもできるが、有機 E L 発光層等への水分の侵入をより確実に防ぐ観点から、この吸湿膜は有機 E L 素子上に形成することが好ましい。この場合、吸湿膜を P V D 法により成膜する際に有機 E L 素子の発光部が熱等により損傷することを防ぐべく、吸湿膜は有機 E L 素子上の非発光部に部分的に形成することが好ましい。このように有機 E L 素子上の非発光部に吸湿膜を部分的に形成した場合は、吸湿膜に吸着された水分や酸素が発光部の金属電極層等に悪影響を及ぼすことを阻止することができるとともに、後述するようにかかる悪影響を防止すべく金属電極層を安定な保護膜で覆う必要がなく、コスト面や生産面で有利となる。なお、吸湿膜を有機 E L 素子上の非発光部に部分的に形成する態様は、時計等のセグメント表示のように、有機 E L 素子上に非発光部が多く存在したり、マスクでパターンが形成できるほど粗いパターンの場合により好適に適用することができる。

【 0 0 2 0 】ここに、吸湿膜は有機 E L 素子上に全面に形成することも可能であり、この場合、この吸湿膜の上にさらに SiO_2 膜や樹脂膜等の保護膜を形成することにより、封止部材を省くことができる。また、有機 E L 素子上の発光部に吸湿膜を形成する場合 (有機 E L 素子上に全面に吸湿膜を形成する場合を含む) は、吸湿膜に吸着された水分や酸素が金属電極層等に悪影響を及ぼすことを防ぐべく、金属電極層を安定な保護膜 (SiO_2 膜や MgF 膜等) で覆い、その上に吸湿膜を形成することが好ましい。

【 0 0 2 1 】また、有機 E L 素子上の非発光部及び封止部材の内側面の双方に上記吸湿膜を形成することも勿論可能であり、この場合双方の吸湿膜による吸湿効果によ

り、有機 E L 素子のさらなる長寿命化を図ることができる。このように有機 E L 素子上に、アルカリ土類過酸化物を出発原料として用いた P V D 法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなる吸湿膜が、有機 E L 素子上の非発光部及び封止部材の内側面のうちの少なくとも一方に形成された本発明の有機 E L 表示装置では、吸湿性能の高い吸湿膜の吸湿効果により有機 E L 素子の長寿命化を図ることができる。また、有機 E L 素子上の非発光部に上記吸湿膜が形成されていれば、有機 E L 素子の有機 E L 発光層等と吸湿膜との距離が極めて短くなるため、該有機 E L 発光層等に水分が侵入することを吸湿膜により確実に防ぐことができ、有機 E L 素子の長寿命化を効果的に図ることが可能となる。

【 0 0 2 2 】この有機 E L 表示装置は、透明基板と、該透明基板上に形成された透明電極層、該透明電極層上に形成された有機 E L 発光層及び該有機 E L 発光層上に形成された金属電極層よりなる有機 E L 素子と、内部に不活性流体を封入しつつ該有機 E L 素子を被覆するように該透明基板に接合された封止部材とを備えたものとすることができる。

【 0 0 2 3 】透明基板としては、通常ガラス基板が用いられるが、合成樹脂基板を用いることもできる。また、透明基板として、フレキシブルな合成樹脂フィルムを用いることも可能である。なお、合成樹脂フィルムを用いた場合は、この合成樹脂フィルム自身を透過して外部から侵入した水分等を吸湿すべく、合成樹脂フィルムとこの合成樹脂フィルム上に形成された透明電極層との間にも、補助的な吸湿膜を形成することが好ましい。

【 0 0 2 4 】有機 E L 素子は、従来と同様、透明基板上に形成された透明電極層と、該透明電極層上に形成された有機 E L 発光層と、該有機 E L 発光層上に形成された金属電極層とからなる。透明電極層の材料としては、従来と同様に I T O (インジウム錫酸化物)、 AZO (Al 添加 ZnO)、 SnO_2 などが例示される。この透明電極層はスパッタリングなどの方法により形成することができる。透明電極層のパターンは特に制限されず、ストライプ状など従来と同様のパターンに形成することができる。

【 0 0 2 5 】有機 E L 発光層は、正孔輸送層と、正孔輸送層上に形成された発光体層と、発光体層上に形成された電子輸送層とから、従来と同様に構成することができる。この有機 E L 発光層は、真空蒸着法、ラングミュアプロジェクト蒸着法、ディップコーティング法、スピンコーティング法、真空気体蒸着法、有機分子線エビタキシ法などを用いて形成することができる。

【 0 0 2 6 】金属電極層の材料としては、 $\text{Mg}-\text{Ag}$ 合金、 Al などの導電性金属が例示される。この金属電極層は、有機 E L 発光層上に形成するため、スパッタリングなどの高温や高エネルギーガスが作用する成膜法を用いて形成することができない。したがって、金属電極層

の材料は蒸着法などで形成できる材料から選択される。

【0027】封止部材の形状としては、有機EL素子を封止部材内に気密的に封止しうるものであれば特に限定されない。例えば、一面に開口をもつ箱状あるいは板状の封止ガラスや樹脂等を用い、この封止ガラス等の周縁を透明基板の周縁に接着剤などの封止剤によって接合したり、あるいは箱状の封止部材のみで封入空間を構成しその内部に透明基板及び有機EL素子を配設したりすることができる。

【0028】封止部材と有機EL素子の金属電極層又は吸湿膜との間隔は、一般に10～150 μ mとされる。この間隔が狭すぎると、封止部材と有機EL素子とが接触して有機EL素子が損傷するおそれがある。また、有機EL素子部以外の封入空間にスペーサを介在させて、有機EL素子の損傷を防止することもできる。また封入空間内に封入される不活性物質としては、有機EL素子、封止部材及び封止剤に対して不活性なものであればよく、窒素ガス、ヘリウムガス、アルゴンガスなどの不活性ガス、あるいはフッ素系の不活性液体を用いることができる。

【0029】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

(実施例1) 図1に示す本実施例1の有機EL表示装置は、本発明の吸湿膜を封止部材の内側面に設けたものである。

【0030】この有機EL表示装置は、透明基板としてのガラス基板1と、ガラス基板1上に形成されたITO膜からなる透明電極層21、透明電極層21上に形成された有機EL発光層22及び有機EL発光層22上に形成されMg-Ag合金からなる金属電極層23よりなる有機EL素子2と、内部に不活性流体を封入しつつ有機EL素子2を被覆するようにガラス基板1に接合された封止部材としての背面ガラス基板3と、ガラス基板1及び背面ガラス基板3の周縁同士を接合して両者間に封止空間4を形成する封止剤としての接着剤5と、背面ガラス基板3の内側面に形成された吸湿膜6とから構成されている。

【0031】ガラス基板1及び背面ガラス基板3はソーダ石灰ガラスよりなり、板厚はいずれも1.1mmである。透明電極層21は、スパッタリングによりガラス基板1上にストライプ状に形成され、その厚さは1000～2000Åである。また有機EL発光層22は、透明電極層21上のほぼ全面に形成された正孔輸送層と、正孔輸送層上に形成された発光体層と、発光体層上に形成された電子輸送層とから構成され、それぞれ公知の有機材料から蒸着法により形成されて、全体の厚さは1000～1500Åとなっている。

【0032】そして金属電極層23は、マスクを介して蒸着法により厚さ1500～2000Åに形成され、透

明電極層21に対して直交するストライプ状となっている。したがってこの有機EL素子2では、ドットマトリクス方式で駆動される透明電極層21及び金属電極層23を介して有機EL発光層22に直流電圧を印加することにより発光し、その発光は透明電極層21及びガラス基板1を透過してガラス基板1の表面から視認される。また透明電極層21と金属電極層23とで形成されるマトリクスの所定点を選択して通電すれば、その点が画素となるので、ディスプレイとして画像を表示することが可能となる。

【0033】背面ガラス基板3の内側面に形成された吸湿膜6は、アルカリ土類過酸化物を出発原料に用いたPVD法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなる。吸湿膜6は、具体的に二酸化バリウム(BaO₂)粉末を大気中で、440℃×30分の条件で焼結して得られた焼結体をターゲットとして、イオンプレーティング法により成膜された一酸化バリウム(BaO)からなるもので、背面ガラス基板3の内側面に膜厚1.0 μ mの厚さで成膜されている。以下、吸湿膜6の成膜方法を詳細に示す。

【0034】まず、背面ガラス基板3をアルカリ洗浄、純水洗浄、乾燥窒素でのスピン乾燥、超音波を用いたウェット洗浄及び紫外線によるドライ洗浄を順次行い、純水による接触角が5°程度となるように表面を浄化した。そして、蒸着及びスパッタが可能な装置を用い、真空度が2.0×10⁻⁴Paの下でRF逆スパッタ(Ar等の気体粒子を基板表面に直接衝突させて洗浄する方法)を施してから、背面ガラス基板3を250℃に加熱し、さらに表面を浄化した。そして、背面ガラス基板3を250℃に加熱した状態で、上記二酸化バリウムの焼結体をターゲットとしてDCイオンプレーティングを行って、背面ガラス基板3の表面に一酸化バリウム(BaO)よりなる吸湿膜6を成膜した。なおイオンプレーティングの成膜条件は以下のとおりである。また得られた吸湿膜6について成分をX線回折及びEPMAにより調べたところ、吸湿膜6はBaOのみからなり、吸湿膜6内に不純物の存在は認められなかった。また吸湿膜6の密度は5.72g/cm³であり、バルクの密度とほぼ同一であった。

【0035】出力 : 10kV、0.15A

真空度 : 1.33×10⁻¹Pa (Ar圧)

成膜速度 : 50nm/sec

上記のように吸湿膜6が成膜された背面ガラス基板3と、上記有機EL素子2が形成されたガラス基板1とは、1気圧の窒素ガス雰囲気内で両者の周縁同士が紫外線硬化型の接着剤5により接合される。なお、紫外線硬化型の接着剤を用いることで、接着時に高温となって有機EL素子2が劣化するような不具合が防止されている。また、接着剤5は、透明電極層21、有機EL発光層22及び金属電極層23が存在せずに出るガラス

基板 1 の表面に設けられている。こうしてガラス基板 1、背面ガラス基板 3 及び接着剤 5 により気密な封入空間 4 が形成され、この封入空間 4 内には窒素ガスが封入されている。なお、窒素ガスの圧力は室温 (25℃) において 1 気圧となるように設定されている。また封入空間 4 への窒素ガスの封入は、予め有機 EL 素子 2 を形成したガラス基板 1 と背面ガラス基板 3 とを窒素ガス中で接着剤 6 により接合することで行うことができる。

【0036】本実施例の有機 EL 表示装置では、有機 EL 素子 2 を封止する封止部材としての背面ガラス基板 3 の内側面に、アルカリ土類過酸化物 (BaO_2) を出発原料に用いたイオンプレーティング法により成膜されたアルカリ土類一酸化物 (BaO) のみからなる吸湿膜 6 が形成されている。このように大気中で安定なアルカリ土類過酸化物をターゲットとして吸湿膜 6 を成膜しているので、この吸湿膜 6 は均質で純度の高いものとなり、したがって高い吸湿性能を発揮する。よって、本実施例の有機 EL 表示装置では、有機 EL 素子 2 の有機 EL 発光層 22 等に水分が侵入することを効果的に防ぐことができ、有機 EL 素子 2 の長寿命化を図ることができる。

【0037】なお、上記実施例 1 の有機 EL 表示装置を製造する場合、大きなガラス基板 1 及び背面ガラス基板 3 を用い、ガラス基板 1 上に複数個の有機 EL 素子 2 を形成するとともに、背面ガラス基板 3 の表面全面に又はマスクを使用して所定部位に複数個の吸湿膜 6 を形成した後、所定部位に接着剤 5 を塗布して両者を接合し、最後に分断することにより、複数個の有機 EL 表示装置を生産性高く製造することができる。

【0038】(比較例 1) アルカリ土類金属過酸化物としての BaO_2 の代わりに、アルカリ土類金属一酸化物としての BaO を出発原料に用いること以外は、上記実施例 1 と同様である。

(比較例 2) 吸湿膜 6 を形成しないこと以外は上記実施例 1 と同様である。

【0039】(評価) 上記実施例 1 並びに比較例 1 及び 2 の有機 EL 表示装置について、吸湿膜 6 による吸湿性能を評価した。これは、この有機 EL 表示装置を温度が 85℃、相対湿度が 85% の高温高湿雰囲気中に置き、放置前の初期状態に認められた直径 8~15 μm のダークスポットが成長する様子を観測することにより行った。その観測結果、すなわち放置時間とダークスポットの直径との関係を図 2 に示す。なお、図 2 は試料数 30 についての平均観測結果を示すものである。また、ダークスポットの直径が大きくなるほど、有機 EL 素子 2 内に水分が侵入していること、すなわち吸湿膜 6 による吸湿性能が低下していることを示す。

【0040】図 2 から明らかなように、アルカリ土類金属一酸化物としての BaO を出発原料として成膜した吸湿膜を備えた比較例 1 の有機 EL 表示装置と、吸湿膜を形成していない比較例 2 の有機 EL 表示装置とでは、放

置時間に対するダークスポットの成長割合が大きく、有機 EL 素子 2 等が時間とともに大きく劣化している。これに対し、アルカリ土類過酸化物としての BaO_2 を出発原料として成膜した吸湿膜 6 を備えた実施例 1 の有機 EL 表示装置では、比較例 1 及び比較例 2 のものと比べて、ダークスポットの成長割合が極めて小さく、有機 EL 素子 2 等の水分による劣化度合いが小さい。したがって、アルカリ土類過酸化物としての BaO_2 を出発原料として成膜した吸湿膜 6 は高い吸湿性能を示すことがわかる。

【0041】(第 2 実施例) 図 3 及び図 4 に示す本実施例 2 の有機 EL 表示装置は、アルカリ土類過酸化物としての BaO_2 を出発原料として成膜した上記吸湿膜 6 を有機 EL 素子 2 の上に非発光部に部分的に形成したものである。すなわち、この有機 EL 表示装置では、上記実施例 1 と同様にガラス基板 1 の上にドットマトリクス方式で駆動される有機 EL 素子 2 を形成した後、マスキング処理を施すことにより、有機 EL 発光層 22 の上であって金属電極層 23 が形成されていない周縁部のみに、上記吸湿膜 6 を成膜した。なお、図 4 において、点線斜線で示す領域 A が金属電極層 23 が形成された発光部領域を示し、この領域の周囲の斜線で示す領域 B が非発光部領域であって吸湿膜 6 が形成された領域を示す。

【0042】この吸湿膜 6 は、上記実施例 1 と同様、アルカリ土類過酸化物としての BaO_2 を出発原料として用いたイオンプレーティング法により成膜した BaO のみからなるもので、その膜厚は実施例 1 と同様 1 μm とされている。その他の構成は上記実施例 1 と同様である。この有機 EL 表示装置では、吸湿膜 6 が有機 EL 素子 2 の上であって非発光部領域 B に部分的に形成されているため、有機 EL 素子 2 の有機 EL 発光層 22 等と吸湿膜 6 との距離が極めて短くなるため、該有機 EL 発光層 22 等に水分が侵入することを吸湿膜 6 により確実に防ぐことができ、有機 EL 素子 2 の長寿命化を効果的に図ることが可能となる。

【0043】また、吸湿膜 6 は有機 EL 素子 2 上の非発光部領域 B に部分的に形成されているため、吸湿膜 6 を成膜する際の熱等により有機 EL 素子 2 の発光部領域 A が損傷することを防ぐことができる。さらに、有機 EL 素子 2 上の非発光部領域 B に吸湿膜 6 が部分的に形成されているため、吸湿膜 6 に吸着された水分や酸素が発光部領域 A の金属電極層 23 等に悪影響を及ぼすことを阻止することができる。また、かかる悪影響を防止すべく金属電極層 23 を安定な保護膜で覆う必要がなく、コスト面や生産面で有利となる。

【0044】なお、図 5 に示すように、セグメント方式で有機 EL 素子 2 を駆動する場合は、有機 EL 素子 2 上であって、図 5 に斜線で示される非発光部領域 B に吸湿膜 6 を形成することができる。

【0045】

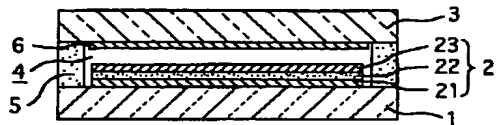
【発明の効果】以上詳述したように本発明の吸湿膜は、大気中で安定なアルカリ土類過酸化物を出発原料に用いたPVD法により成膜されたアルカリ土類一酸化物からなるので、高純度及び高均質で、したがって吸湿性能の高いものとなる。また、このように吸湿性能の高い吸湿膜を備えた本発明の有機EL表示装置は、有機EL素子の有機EL発光層等に水分が侵入することを効果的に防止することができ、有機EL素子の長寿命化を図ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例の有機EL表示装置の断面図である。

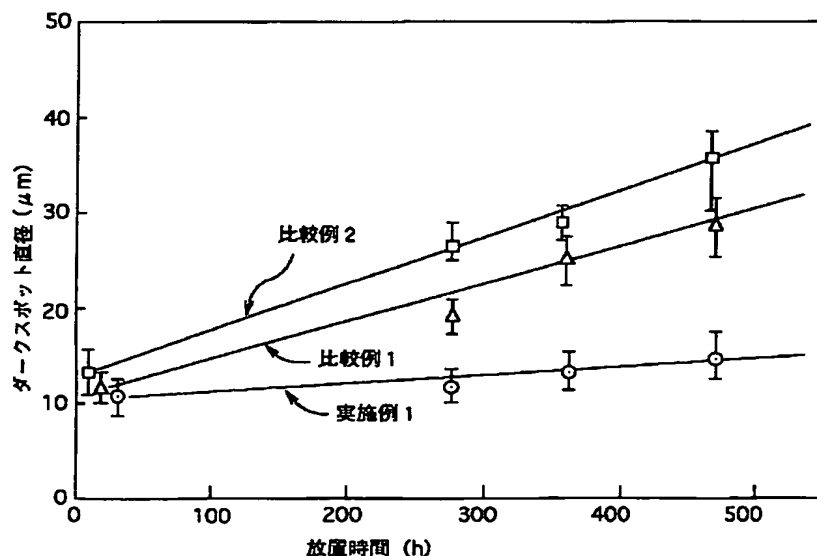
【図2】吸湿膜による吸湿性能の評価結果を示し、放置時間とダークスポット直径との関係を示すグラフである。

【図1】



- | | |
|-----------------|------------|
| 1…ガラス基板（透明基板） | 21…透明電極層 |
| 2…有機EL素子 | 22…有機EL発光層 |
| 3…背面ガラス基板（封止部材） | 23…金属電極層 |
| 4…封入空間 | |
| 5…吸湿膜 | |

【図2】



【図3】本発明の他の実施例の有機EL表示装置の断面図である。

【図4】上記他の実施例の有機EL表示装置の平面図であり、吸湿膜を成膜する非発光部の領域を示す説明図である。

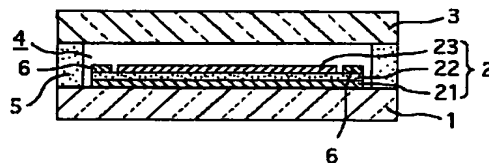
【図5】本発明のさらに他の実施例の有機EL表示装置の平面図であり、吸湿膜を成膜する非発光部の領域を示す説明図である。

【図6】従来の有機EL表示装置の断面図である。

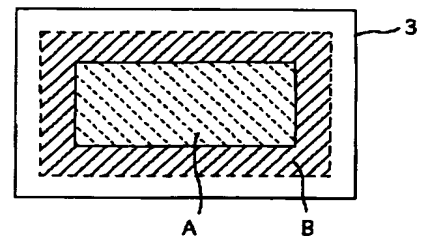
10 【符号の説明】

- | | |
|-----------------|----------|
| 1…ガラス基板（透明基板） | 2…有機EL素子 |
| 3…背面ガラス基板（封止部材） | 4…封入空間 |
| 5…接着剤 | 6…吸湿膜 |
| A…発光部領域 | B…非発光部領域 |

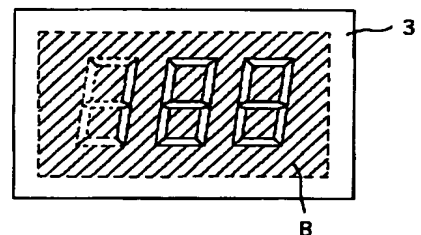
【図3】



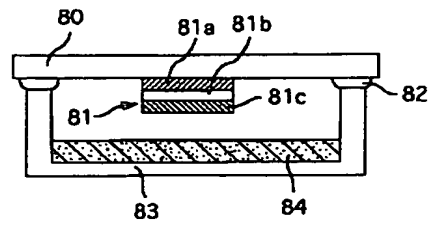
【図4】



【図5】



【図 6】



フロントページの続き

(72)発明者 横井 正裕
愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動
車株式会社内

(72)発明者 古山 晃一
埼玉県東松山市大字下野本1414番地 株式
会社豊島製作所内

Fターム(参考) 3K007 AB13 BA06 BB01 BB04 BB05
CA01 CB01 DA01 DB03 EB00
FA01 FA02
4K029 AA09 BA43 BC00 BD00